Tuon Dinh 306-5856 CP4 4401

PAT-NO:

JP02000034457A

DOCUMENT-IDENTIFIER:

JP 2000034457 A

tranlation

TITLE:

HIGH-PRESSURE RESISTANT THIXOTROPIC

EPOXY RESIN ADHESIVE

COMPOSITION

PUBN-DATE:

February 2, 2000

INVENTOR - INFORMATION:

NAME COUNTRY
KOTANI, HIROSHI N/A
TAKEDA, TOSHIMITSU N/A
ADACHI, NAOYA N/A
OKUDAIRA, HIROYUKI N/A

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

YOKOHAMA RUBBER CO LTD: THE

N/A

APPL-NO:

JP10204030

APPL-DATE:

July 17, 1998

INT-CL (IPC): C09J163/00, C09J011/04

### ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a high-pressure resistant thixotropic epoxy resin adhesive composition capable of retaining a sufficient adhesion thickness under high bearing pressure while having thixotropy.

SOLUTION: A high-pressure resistant thixotropic epoxy resin adhesive comprises (1) 100 pts.wt. epoxy resin having at least two epoxy groups in the molecule; (2) an epoxy resin curing agent; (3) 10-200 pts.wt. inorganic filler

having an average particle diameter of 20-800 COPYRIGHT: (C) 2000, JPO

(19)日本国特許庁(JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出顧公開番号 特開2000-34457 (P2000-34457A)

(43)公開日 平成12年2月2日(2000.2.2)

(51) Int.C1.7

識別記号

FΙ

テーヤコート\*(参考)

C 0 9 J 163/00

11/04

C 0 9 J 163/00

11/04

4 J 0 4 0

審査請求 未請求 請求項の数1 OL (全 6 頁)

(21)出顯番号

特顧平10-204030

(71)出版人 000006714

横浜ゴム株式会社

(22)出廣日

平成10年7月17日(1998.7.17)

東京都推区新橋5丁目36番11号

(72)発明者 小谷 詳

神奈川県平塚市追分2番1号 横浜ゴム株

式会社平塚製造所内

(72)発明者 武田 敏充

神奈川県平塚市追分2番1号 横浜ゴム株

式会社平塚製造所内

(74)代理人 100080159

弁理士 渡辺 望稔 (外1名)

最終質に続く

### (54) 【発明の名称】 耐高圧力揺変性エポキシ樹脂接着剤組成物

### (57)【要約】

【課題】揺変性を持ちながら、高面圧下で十分な接着厚みを保持できる耐高圧力揺変性エポキシ樹脂接着剤組成物の提供。

【解決手段】(1)分子内に少なくとも2個のエボキシ基を有するエポキシ樹脂100重量部に対し、(2)エポキシ樹脂用硬化剤と、(3)平均粒径が20~800μmの無機充填剤10~200重量部と、(4)脂肪酸あるいは脂肪酸エステルで表面処理された炭酸カルシウム10~200重量部とを含有する耐高圧力播変性エボキシ樹脂接着剤組成物。

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】(1)分子内に少なくとも2個のエポキシ 基を有するエポキシ樹脂100重量部に対し、

- (2) エボキシ樹脂用硬化剤と、
- (3) 平均粒径が20~800 μmの無機充填削10~ 200重量部と、
- (4) 脂肪酸あるいは脂肪酸エステルで表面処理された 炭酸カルシウム10~200重量部とを含有する耐高圧 力揺変性エポキシ樹脂接着剤組成物。

#### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、耐高圧力揺変性エ ボキシ樹脂接着剤組成物に関する。詳しくは、高面圧下 でも接着に必要な接着剤厚みを保持することができ、か つ、揺変性にも優れ、接着施工時、高い面圧をかけるプ レキャストコンクリートの接着等に好適な耐高圧力揺変 性エポキシ樹脂接着剤組成物に関する。

#### [0002]

【従来の技術】最近、工場で製造したプレキャストコン に接着剤を塗布し接着しPC鋼棒あるいはピアノ線を用 いて圧縮してポストテンションを与え作製するプレスト レストコンクリートを用いる工法が盛んである。接着剤 としては、2液型エポキシ樹脂接着剤が主流である。こ の工法では、施工時、プレキャストコンクリートを非常 に高い面圧、例えば、20~200kgf/cm²の面 圧で圧締する。このため、これまでの接着剤では、圧力 をかけると同時にプレキャストコンクリートの接着面間 から接着剤が押し出され、接着面に接着剤が残りにく く、十分な接着厚みを維持することが困難であるという 問題があった。また、この工法では、接着剤は垂直面に 塗布されることが多く、接着剤塗布後、接着厚みを維持 できるために揺変性が必要である。しかし、エポキシ樹 脂に揺変性付与剤を配合して揺変性を高くすると、圧力 をかけた場合、接着剤が接着面から脇に逃げやすくな り、これまでのエポキシ樹脂接着剤では、揺変性を示し つつ、高面圧下で十分な接着厚みを維持することは困難 であった。

#### [0003]

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、揺変 40 性を持ちながら、高面圧下で十分な接着厚みを保持でき る耐高圧力揺変性エポキシ樹脂接着剤組成物を提供する ことである。

#### [0004]

【課題を解決するための手段】すなわち、本発明は、

(1) 分子内に少なくとも2個のエポキシ基を有するエ ポキシ樹脂100重量部に対し、(2)エポキシ樹脂用 硬化剤と、(3) 平均粒径が20~800μmの無機充 填剤10~200重量部と、(4)脂肪酸あるいは脂肪 酸エステルで表面処理された炭酸カルシウム10~20 50 はダイマー酸とジエチレントリアミン、トリエチレンテ

①重量部とを含有する耐高圧力器変件エポキシ樹脂接着。 剤組成物を提供する。

#### [0005]

【発明の実施の形態】以下、本発明について詳細に説明 する。本発明の耐高圧力揺変性エポキシ樹脂接着剤組成 物(以下、本発明の接着剤組成物と記す)は、従来、両 立が困難であった高面圧下での接着厚みの維持と、揺変 性とを併せ持つことを可能とした1液あるいは2液型の エポキシ樹脂接着剤組成物である。

10 【0006】本発明で用いられるエポキシ樹脂は、分子 内に少なくとも2個のエポキシ基を有するポリエポキシ 化合物であれば、特に制限はない。例えばビスフェノー ルAのグリシジルエーテル型エポキシ樹脂及びその誘導 体、グリセリンのグリシジルエーテル型エポキシ樹脂、 ポリアルキレンオキサイドのグリシジルエーテル型エポ キシ樹脂、フェノールノボラックのグリシジルエーテル 型エポキシ樹脂、ダイマー酸のグリシジルエステル型エ ポキシ樹脂、ビスフェノールFのグリシジルエーテル型 エポキシ樹脂、あるいは、東レチオコール社製のフレッ クリートを現場に搬入し、プレキャストコンクリート間 20 プ10等に代表されるエポキシ樹脂主鎮に硫黄原子を有 するエポキシ樹脂等が挙げられる。これらのうちビスフ ェノールAのグリシジルエーテル型エポキシ樹脂は、汎 用のエポキシ樹脂として好適に用いられる。また、骨格 に硫黄原子を有するエポキシ樹脂は、得られる本発明の 組成物が湿潤面への接着性に優れる。

> 【0007】本発明に用いられるエポキシ樹脂用硬化剤 は、エボキシ樹脂を硬化することのできる硬化剤であれ ば、特に制限されず、エポキシ樹脂接着剤の硬化剤とし て常用されるものを使用することができる。この硬化剤 としては、木発明の接着剤組成物を2液型とする場合 は、アミン系硬化剤、酸または酸無水物系硬化剤、塩基 性活性水素化合物、イミダゾール類、ポリメルカプタン 系硬化剤、フェノール樹脂、ユリア樹脂、メラミン樹 脂、イソシアネート系硬化剤等が、また、1液型とする 場合は種々の潜在性硬化剤、紫外線硬化剤等が挙げられ 3.

【0008】アミン系硬化剤の具体例として、エチレン ジアミン、ジエチレントリアミン、トリエチレンテトラ ミン等の脂肪族ポリアミン;イソホロンジアミン、1, 3-ビスアミノメチルシクロヘキサン等の脂環族ポリア ミン:ジアミノジフェニルメタン、ジアミノジフェニル スルフォン等の芳香族ポリアミン;メタキシリレンジア ミン等の芳香環を含む脂肪族ポリアミン:等が挙げられ る。また、アミンアダクト(ポリアミンエポキシ樹脂ア ダクト)、ポリアミンーエチレンオキシドアダクト、脂 **肪族ポリアミンとケトンとの反応物であるケチミン;直** 鎖状ジアミン、テトラメチルグアニジン、トリエタノー ルアミン、ピペリジン、ピリジン、ベンジルジメチルア ミン等の第二アミン類または第三アミン類など、あるい トラミン等のポリアミンとを反応させてなる液体ポリア ミドなどが挙げられる。

【0009】酸または酸無水物系硬化剤の具体例とし て、アジピン酸、アゼライン酸、デカンジカルボン酸等 のポリカルボン酸;無水フタル酸、無水トリメリット 酸、エチレングリコールビス (アンヒドロトリメリテー ト)、グリセロールトリス(アンドロトリメリテー ト)、無水ピロメリット酸、3,3',4,4'-ベン ゾフェノンテトラカルボン酸無水物等の芳香族酸無水 フタル酸、メチルテトラヒドロ無水フタル酸等の環状脂 肪族酸無水物;ポリアジピン酸無水物、ポリアゼライン 酸無水物、ポリセバシン酸無水物、ドデセニル無水コハ ク酸、ポリ (エチルオクタデカン二酸) 無水物等の脂肪 族酸無水物; クロレンド酸無水物、テトラブロム無水フ タル酸、無水ヘット酸等のハロゲン化酸無水物などが挙 げられる。

【0010】塩基性活性水素化合物の具体例としては、 ジシアンジアミド、有機酸ジヒドラジドなどが挙げられ る。イミダゾール類の具体例としては、2-メチルイミ 20 れる硬化物が脆いものとなってしまう。 ダゾール、2-エチル-4-メチルイミダゾール、2-ヘプタデシルイミダゾール等が挙げられる。ポリメルカ プタン系硬化剤の具体例としては、ペンタエリスリトー ルテトラチオグリコレート、ジペンタエリスリトールへ キサチオグリコレート等のチオグリコール酸のエステ ル、末端にメルカプト基を有するポリスルフィドゴム等 のメルカプト基を含む化合物などが挙げられる。イソシ アネート系硬化剤の具体例としては、トルエンジイソシ アネート、ヘキサメチレンジイソシアネート、キシレン ジイソシアネート等のイソシアネート化合物、イソシア 30 ネート基を、フェノール、アルコール、カプロラクタム 等と反応させてマスクしてなるブロックイソシアネート 化合物などが挙げられる。

【0011】また、本発明の接着剤組成物を1液型の組 成物とする場合は、硬化剤として潜在性硬化剤を用いる ことができ、潜在性硬化剤としては、脂肪族ポリアミン とケトンとの反応物であるケチミン; n-ヘキシルアミ ン、モノエチルアミン、ベンジルアミン、ジエチルアミ ン、ピペリジン、トリエチルアミン、アニリン等のアミ ーアミン錯体;ジシアンジアミド、またはoートリルビ グアニド、 $\alpha-2$ ,  $5-ジメチルビグアニド、<math>\alpha$ ,  $\omega-$ ジフェニルビグアニド、5ーヒドロキシナフチルー1ー ビグアニド等のジシアンジアミドの誘導体:コハク酸ヒ ドラジド、アジピン酸ヒドラジド、イソフタル酸ヒドラ ジド、pーオキシ安息香酸ヒドラジド、サリチル酸ヒド ラジド、フェニルアミノプロピオン酸ヒドラジド等の酸 ヒドラジド;ジアミノマレオニトリルまたはその誘導 休;ジアリルメラミン等のメラミンの誘導休;カルボン

り合成されるアミンイミド類; エチレンジアミン、ヘキ サメチレンジアミン、ピペリジン等のジアミンとセバチ ン酸等の脂肪族ジカルボン酸との塩、2,4,4ートリ メチルー2、4、7ートリヒドロキシフラバン等のポリ アミンと、N、N'ージメチル1,3-プロパンジアミ ン等のポリヒドロキシフェノールとの塩、ポリアミンの フェニルホスホン酸塩、ポリアミンのフェニルリン酸 塩;スルホン酸と第一アルコールとのエステル化合物、 リン酸のモノエステルもしくはジエステルまたはその混 物;無水マレイン酸、無水コハク酸、テトラヒドロ無水 10 合物、スルホン酸とエポキシ化合物との付加反応による エステル化合物などが挙げられる。また、芳香族ジアゾ ニウム塩、芳香族スルホニウム塩等の紫外線硬化剤など も挙げられる。

> 【0012】本発明の組成物を硬化させるために用いら れる硬化剤の配合量は、エポキシ樹脂中のエポキシ基に 対して、当量比0.1~1.5の割合となる量が好まし く、0.8~1.2となる量がより好ましい。硬化剤 が、エポキシ基に対して当量比0.1未満では接着剤組 成物が硬化せず、また、当量比1.5を超えると、得ら

【0013】本発明に用いる無機充填剤としては、各種 のものを使用することができ、例えば、ヒュームドシリ カ、焼成シリカ、沈降シリカ、粉砕シリカ、溶融シリ カ;酸化鉄、酸化亜鉛、酸化チタン、酸化バリウム、酸 化マグネシウム;炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、 炭酸亜鉛;ろう石クレー、カオリンクレー、焼成クレ ー:カーボンブラック等が挙げられ、これらの無機充填 **剤で、均質に球形であるもの以外を用いる。好ましく** は、形状が不定形のものを少なくとも1成分として配合 する。均質に球形状の充填剤は、高面圧下で十分な接着 厚みが保持できないので好ましくない。しかし、球形状 のものを不定型のもの、または、偏平状のものと併用し てもよい。これらの無機充填剤は1種単独でも2種を併 用してもよい。本発明に用いる無機充填剤は、平均粒径 が20~800 $\mu$ mのものを用い、50~500 $\mu$ mで あれば好ましい。平均粒径が20μm未満では、得られ る接着剤組成物を塗布し面圧をかけて接着接合する際に 十分な接着厚みを保持することができない。800μm 超では、接着剤組成物の硬化物が脆くなる。平均粒径 ンと、三フッ化ホウ素との化合物である三フッ化ホウ素 40 は、空気透過法から求めた比表面積から算出する。無機 充填剤の配合量は、上述のエポキシ樹脂100重量部に

対し、10~200重量部、好ましくは50~150重 量部である。10重量部未満では、十分な接着厚みを保 持できず、200重量部超であると、得られる接着剤組 成物の硬化物の強度等の機械的特性が良好ではなくな り、また、後述する脂肪酸あるいは脂肪酸エステルで表 面処理された炭酸カルシウムにより接着剤組成物に付与 される揺変性の発現を妨げる。

【0014】本発明に用いる脂肪酸あるいは脂肪酸エス 酸エステルとジメチルヒドラジンとエポキシ化合物によ 50 テルで表面処理された炭酸カルシウムは、本発明の接着 剤組成物に揺変性を付与するために配合される。エポキ シ樹脂接着剤を用いて接着作業をする場合、垂直面に塗 布して接着することも多く、この場合、途布後、接着接 合するまで、十分な塗布厚みを保たせる必要がある。そ のため、本発明では脂肪酸あるいは脂肪酸エステルで表 面処理された炭酸カルシウムを配合して接着剤組成物に 揺変性を付与する。脂肪酸としては、ラウリン酸、ミリ スチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、アラキン酸、 ベヘン酸、リグノセリン酸、セロチン酸、モンタン酸、 メリシン酸などの直鎖飽和脂肪酸;セトレイン酸、ソル 10 ビン酸などの不飽和脂肪酸; 安息香酸、フェニル酢酸な どの芳香族カルボン酸等が挙げられる。中でも、パルミ チン酸やステアリン酸が表面処理の熱安定性や揺変性の 点で好ましい。脂肪酸エステルとしては、炭素数8以上 の高級脂肪酸のエステルが好ましく、例えばステアリン 酸ステアリル、ステアリン酸ラウリル、パルミチン酸ス テアリル、パルチミン酸ラウリル、トリステアリン酸グ リセライド、トリパルミチン酸グリセライド等が挙げら れる。中でも、トリパルミチン酸グリセライドが表面処 理の熱安定性や揺変性の点で好ましい。

【0015】炭酸カルシウムを上記脂肪酸あるいは脂肪 酸エステルで表面処理する方法として、例えば、脂肪酸 あるいは脂肪酸エステルを炭酸カルシウムに添加し、混 練、噴霧または浸漬することにより炭酸カルシウムの表 面に脂肪酸、樹脂酸または脂肪酸エステルを吸着させる 方法が挙げられる。脂肪酸あるいは脂肪酸エステルの表 面処理量は、炭酸カルシウムに対して、通常1.0~1 0重量%である。脂肪酸あるいは脂肪酸エステルで表面 処理された炭酸カルシウムの配合量は、上述のエポキシ 樹脂100重量部に対して10~200重量部である が、好ましくは、50~150重量部である。10重量 部未満では、適切な揺変性、作業性が得られなく、ま た、200重量部超では、比重が高くなり、粘度が高く なりすぎるので好ましくない。

を損なわない範囲で、上記の必須成分に加えて、さらに 可塑剂、颜料、染料、老化防止剂、酸化防止剂、難燃 剤、接着付与剤、分散剤、溶剤等を配合してもよい。 【0017】本発明に用いることができる可塑剤として (DBP) ; アジピン酸ジオクチル、コハク酸イソデシル; ジエチレングリコールジベンゾエート、ペンタエリスリ トールエステル;オレイン酸ブチル、アセチルリシノー ル酸メチル; リン酸トリクレジル、リン酸トリオクチ ル;アジピン酸プロピレングリコールポリエステル、ア ジピン酸ブチレングリコールポリエステル等が用いられ る。これらの可塑剤は、単独でも、2種以上を混合して 使用してもよい。

【0016】本発明の接着剤組成物には、本発明の目的

【0018】 本発明に用いることが出来る顔料には、無

チタン、酸化亜鉛、群青、ベンガラ、リトポン、鉛、カ ドミウム、鉄、コバルト、アルミニウム、塩酸塩、硫酸 塩等を挙げることができる。本発明に用いることが出来 る有機顔料としては、アゾ顔料、銅フタロシアニン顔料 等が挙げられる。

【0019】本発明に用いることが出来る老化防止剤と しては、ヒンダードフェノール系等の化合物が挙げられ る。本発明に用いることが出来る酸化防止剤としては、 ブチルヒドロキシトルエン(BHT)、ブチルヒドロキシア ニソール(BHA) 、等を挙げることができる。本発明に用 いることが出来る難燃剤としては、クロロアルキルホス フェート、ジメチル・メチルホスホネート、臭素・リン 化合物、アンモニウムポリホスフェート、ネオペンチル ブロマイドーポリエーテル、臭素化ポリエーテル等が挙 げられる。本発明に用いることが出来る接着付与剤とし ては、テルペン樹脂、フェノール樹脂、テルペンーフェ ノール樹脂、ロジン樹脂、キシレン樹脂等が挙げられ る。

【0020】本発明の接着剤組成物は、エポキシ樹脂お よびその他の添加剤を主剤側とし、主に硬化剤とその他 の添加剤を硬化剤側とした2液型の接着剤組成物とする ことができる。また、潜在性硬化剤を用いて湿気硬化型 の1液型の接着剤組成物として使用することもできる。 本発明の接着剤組成物の製造方法は、特に限定されない が、好ましくは上述の各成分を減圧下に混合ミキサー等 の攪拌装置を用いて十分混練し、均一に分散させて組成 物とするのがよい。2液型であれば、主剤と硬化剤を別 の容器に保存し、使用時に混合して使用すればよい。 【0021】エポキシ樹脂接着剤には、上述のように垂 30 直面に塗布する場合にも塗布厚を確保できるよう揺変性 付与剤が配合される。しかし、揺変性の高いエポキシ樹 脂接着剤は、高圧力下では、流れやすく接着厚みを保持 しにくい。一方、エポキシ樹脂接着剤に充填剤を配合す ると、エポキシ樹脂に揺変性をもたらす分子間力が妨げ られる傾向にあるため、一般には、揺変性が高いエポキ シ樹脂接着剤とする場合は、充填剤を積極的に配合する ことはしない。本発明では、積極的に、上述の特定範囲 の平均粒径を持つ無機充填剤を配合する。本発明の接着 剤組成物は、上記構成をとることにより、揺変性をもつ は、ジオクチルフタレート(DOP)、ジブチルフタレート 40 ため塗布後もだれることなく、接着面に高面圧をかけて も、接着剤組成物に配合される不定形無機充填剤により 接着面間に適当な空隙を保つことができるため、無機充 填剤の間に接着剤組成物を保持でき、接着面に十分な接 着厚みを保持することができる。プレキャストコンクリ ート等を用いた用途、例えば、カルバートボックス等の プレキャストコンクリートを用いて、高架橋の道路面 や、共同溝、側溝等を作る場合、十分な接着強度を得る ために、接着厚みとしては少なくとも50μmの厚みが 好ましいが、木発明の接着剤組成物では、特定範囲の平 機顔料と有機顔料とがあり、無機顔料としては、二酸化 50 均粒径を持つ無機充填剤を配合することで、この接着厚 7

みを十分に確保できる。また、本発明の接着剤組成物は、接着面間に十分保持され硬化するので、プレキャストコンクリート間をシールし、プレキャストコンクリート間の止水、防水の効果が高い。

[0022]

【実施例】以下、実施例により本発明をさらに具体的に 説明する。 \* (実施例1~5、比較例1~4)表1に示す配合で化合物を配合し接着剤組成物を得た。得られた接着剤組成物 について、揺変性、接着強度、接着剤厚みを測定し評価した。

[0023]

【表1】

表 1

	9	実		施例	比	較	<b>[9]</b>
	1	2	3	4 5	1	2 3	4
エポキシ樹脂	100	100	100	100 100	100	100 100	100
硬 化 剤 【	2 4	2 4	24	24 24	2 4	24 24	2 4
無機充填剤 A 【	70	70	50	70 70	7 0	70 70	
無機充塡剤 B	30	70	150			'   ' '	7 0
無 養 充 塡 剤 C				70	1		' '
無機充塡剤D 📗				70	}		İ
無機充填剤 E					3 0		
無機充填剤 F						150	ļ
無機充塡剤G					f	7.0	7 0
ダレ最小厚さ (mm)	1. 0	0.8	0. 9	0, 8 0, 7	0.8	0. 9 0. 8	3 0. 1
4点曲げ試験					<del>-</del>		+
圧縮力(500gf/cm*)[N/mm*]	7. 9	8. 5	8.8	7.8 7.9	7. 1	9 5 7 6	3 7. 8
<b>近線力(200kgf/cm)[N/mm<sup>2</sup>]</b>	6. 5	7. 9	8. 6	7. 4 6. 5	1. 5	2. 0 1. 5	
接着剤厚み (μm)	50	8 0	100	50 50	0	10 0	2 0

表中、化合物の単位は重量部である。

【0024】 <表中の各成分>

エポキシ樹脂:YD-128、東都化成社製

硬化剤:エピキュアーH3、油化シェル社製

無機充填剤A:表面処理沈降性炭酸カルシウム、平均粒

径1μm以下

カルファイン200、丸尾カルシウム社製

無機充填剤B:重質炭酸カルシウム、平均粒径250μ

m

T重炭、丸尾カルシウム社製

無機充填剤C:重質炭酸カルシウム、平均粒径20μm

R重炭、丸尾カルシウム社製

無機充填剤D:重質炭酸カルシウム、平均粒径70μm

KCN100、丸尾カルシウム社製

無機充填剤E:ガラスビーズ、粒径150μm

無機充填剤F:重質炭酸カルシウム、平均粒径6.3μ 40 度を算出する。接着強度は、次式により算出する。

m

スーパーS、丸尾カルシウム社製

無機充填剤G: 重質炭酸カルシウム、平均粒径2. 2 μ

m

スーパー1500、丸尾カルシウム社製

【0025】<ダレ最小厚さ(揺変性)>予め剥離剤を 塗布した150×150mmの平滑なプラスチック板 (アクリル板)の上面全体に、実施例、比較例で得られ た接着剤組成物を厚さ1mmになるよう塗布し、直ちに

塗布面を鉛直にし、常態で接着剤が硬化するまで静置す※50 た試験片の接着断面を切断し、顕微鏡で観察し測定す

※る。硬化後、JIS B 7502に規定されるマイクロメーターにて接着剤厚さが最小の部分の厚さを測定する。

<4点曲げ試験(接着強度)>40×40×80mmサイズのモルタル(水セメント比:65%、砂セメント質量比:2、砂:ISO砂配合)片を用いる。上記モルタル片2片の長手方向の端面を接着面とし、実施例、比較例で得られた接着剤組成物を用いて接着し、500gf/сm²、200kgf/сm²の圧締力で圧縮治具を用いて瞬間的に圧締する。はみ出た接着剤をヘラでかきとり、20℃×55%RHで1週間養生する。得られたモルタル片接合物を試験片として、JIS A 6024に記載の方法に準拠して、2mm/minの割合で載荷して、4点曲げ試験を行い、最大荷重を求め、接着強度は、次式により質出する。

 $F = 120 P/b h^2$ 

F:接着強度[N/mm<sup>2</sup>]

P:最大荷重[N]

b:試験片の幅(=40[mm])

h:試験片の高さ(=40 [mm])

圧締力が $200 \log f / cm^2$  の場合は、接着強度が $6 (N/mm^2)$ 以上であるとよい。

<接着利厚さ>200kg f / c m² の圧締力でおしつけて得られた試験片を、4点曲げ試験で試験後、破断し

0

9

る。 $200 \, \text{kg f} / \text{cm}^2$  の圧締力では、接着剤厚さが  $50 \, \mu \, \text{m以上であるとよい}$ 。

### [0026]

【発明の効果】本発明の接着剤組成物は、揺変性を持ちながら、高面圧をかけても接着面から逃げずに接着に必要な接着厚みを保持できる。その結果、面圧をかけて接

着接合する場合でも、接着性能を維持できる。従って、 本発明の接着剤組成物は、高面圧をかけて接着する工 法、例えば、カルバートボックス等のプレキャストコン クリートを接着接合し、PC鋼棒やピアノ線等で圧締す る工法等に好適に用いることができる。

10

#### フロントページの続き

(72)発明者 足立 直也

神奈川県平塚市追分2番1号 横浜ゴム株

式会社平塚製造所内

(72)発明者 奥平 浩之

神奈川県平塚市追分2番1号 横浜ゴム株

式会社平塚製造所内

Fターム(参考) 4J040 EC021 EC061 EC071 EC091

EC171 HA026 HA136 HA196 HA296 HA306 HB26 HB28 HB29 HC01 HC03 HC04 HC05 HC06 HC09 HC15 HC16 HC22 HD03 HD39 JA05 KA16 KA30 LA06 MA06 MB09 NA12

# Searching by Document Number

** Result [Patent] ** Format(P803) 11.Nov	.2003	1/	1	
Application no/date:	1998-20403	0[1998	/07/17]	
Date of request for examination:		[	]	
Public disclosure no/date:	2000- 3445	7[2000	/02/02][	AIT.
Examined publication no/date (old law):		[	7	
Registration no/date:		Ĺ	]	
Examined publication date (present law)	:	[	]	
PCT application no				
PCT publication no/date		[	]	
Applicant: YOKOHAMA RUBBER CO LTD: THE				
Inventor: KOTANI HIROSHI, TAKEDA TOSHIM	ITSU, ADACHI	NAOYA,	OKUDAIRA	HIRO
IPC: C09J163/00 C09J 11/04 FI: C09J 11/04 C09J163/00				
·	0171 HAOOC H	7 1 2 C II	7106 1170	06 117
F-term: 4J040EC021,EC061,EC071,EC091,EC081				
KA16, KA30, LA06, MA06, MB09, NA12	0,11009,11013,	11010,11	CZZ, ND().)	, 11000
Expanded classification: 147				
Fixed keyword: R047,R074,R124				
Citation:				
Title of invention: HIGH-PRESSURE RESIS	STANT THIXOT	ROPIC	EPOXY RE	SIN A
Abstract:				
PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a				
epoxy resin adhesive composition				
adhesion thickness under high be	earing press	ure wh	ile havi	ng th
SOLUTION: A high-pressure resistate comprises (1) 100 pts.wt. epoxy in the molecule; (2) an epoxy reinorganic filler having an averaged (4) 10-200 pts.wt. fatty according carbonate.  COPYRIGHT: (C) 2000, JPO	resin havin esin curing age particle	g at le agent; diame	east two (3) 10- ter of 2	epox 200 p 0-800
Priority country/date/number: ( ) [ Classification of examiners decision/date; Final examinational transaction/date: Examination intermediate record: (A63 1998/ 7/17, PATENT APPLICATION 6 (A961 1998/ 7/24, CORRECTION DATA BY 6	() [ JTILITY MODE			APPL
*** Trial no/date [ Demandant: - Defendand: - Opponent: - Classification of trial decision of opponent of trial or appeal/dates.	ate:		[	]
Trial and opposition intermediate recor	rd:			

1 of 2

Registration intermediate record:

Amount of annuities payment: year Lapse date of right: [ ] Proprietor: -

Other Drawings...

11/10/03 12:27 PM

(57) [ABSTRACT]

# [PROBLEM TO BE SOLVED]

While owning thixotropy, it is an offer of the high pressure thixotropy epoxy resin adhesive composition which can hold enough adhesion thickness under high face pressure resistance. [SOLUTION]

(1) Hardener (3) and average particle diameter 20-800 in molecular for 100 epoxy resin part by weight having at least two epoxy function (2) for epoxy resin are high pressure thixotropy epoxy resin adhesive composition containing 10-200 calcium carbonate part by weight done surface finishing in 10-200 inorganic filler part by weight (4) and aliphatic acid of mu m or fatty acid ester resistance.

# [WHAT IS CLAIMED IS:]

### [Claim 1]

(1) Hardener (3) and average particle diameter 20-800 in molecular for 100 epoxy resin part by weight having at least two epoxy function (2) for epoxy resin are high pressure thixotropy epoxy resin adhesive composition containing 10-200 calcium carbonate part by weight done surface finishing in 10-200 inorganic filler part by weight (4) and aliphatic acid of mu m or fatty acid ester resistance.

# [DETAILED DESCRIPTION OF THE INVENTION]

[0001]

### [TECHNICAL FIELD OF THE INVENTION]

The present invention relates to high pressure thixotropy epoxy resin adhesive composition resistance. More particularly, the present invention relates to the high pressure thixotropy epoxy resin adhesive composition which is optimum in adhesion of precast concrete to hang high face pressure in adhesion application adhesive thickness to be necessary for adhesion can be held under high face pressure and and it is superior in thixotropy resistance.

[0002]

### [PRIOR ART]

Recently, Precast concrete produced in factory is carried in to the spot, a method of construction to use pre-stressed concrete it applies, and adhesive is bonded between precast concrete, and PC steel bar or piano wire is used, and it oshitcishi, and post-tension is given, and to make is prosperous. For adhesive, 2 liquid type epoxy resin adhesive is main flow. For example, in this method of construction, very loud face pressure oshitcisuru precast concrete in 20-200kg f/cm <sup>2</sup> no face pressure in application. Because of this, At the same time, in conventional adhesive, to pressure, adhesive is pushed out of adhesion interface of precast concrete, adhesive is hard to stay in adhesion face, there was issue that it was distress to hold enough adhesion thickness. In addition, It is often that adhesive

is lubricated in this method of construction by perpendicular, and, after adhesive swabbing, thixotropy is requirement to be able to hold adhesion thickness. However, When when a thixotropy grant agent was combined with epoxy resin, and thixotropy was lifted, it put pressure, adhesive is easy to come to escape from adhesion face aside, while, in epoxy resin adhesive to this, showing thixotropy, it was distress to hold adhesion thickness to be enough under face pressure high. [0003]

### [PROBLEM TO BE SOLVED BY THE INVENTION]

It is an object of the present invention to provide the high pressure thixotropy epoxy resin adhesive composition which can hold enough adhesion thickness under high face pressure while owning thixotropy resistance.

[0004]

### [MEANS TO SOLVE THE PROBLEM]

In other words, (1)The present invention provides high pressure thixotropy epoxy resin adhesive composition containing 10-200 calcium carbonate part by weight which hardener (3) and average particle diameter 20-800 for epoxide resin are 10-200 inorganic filler part by weight (4) and aliphatic acid of mu m or fatty acid ester, and is done surface finishing for 100 epoxy resin part by weight having at least two epoxy function (2) in molecular resistance.

[0005]

## [MODE FOR CARRYING OUT THE INVENTION]

As follows, The present invention is explained in detail. High pressure thixotropy epoxy resin adhesive composition of the present invention resistance (it is written down with adhesive composition of the present invention as follows) is epoxy resin adhesive composition of one fluid which enabled that maintenance and thixotropy of adhesion thickness under face pressure are had both high that coexistence was difficult conventionally or two fluid pattern. [0006]

If epoxy resin used with the present invention is poly epoxy compounds having at least two epoxy function in molecular, there is not limit particularly. By way of example only, Epoxide resin having sulfur atom is given in epoxide resin main chain represented to glycidyl ether type epoxy resin of bisphenol A and the tenth class Flep made in the derivative, glycidyl ether pattern epoxide resin of glycerin, glycidyl ether pattern epoxide resin of polyalkylene oxide, glycidyl ether pattern epoxide resin of phenol Novolak, glycidyl ester pattern epoxide resin of dimer acid, glycidyl ether pattern epoxide resin of bisphenol F or Toray thiokol company. Among these, Glycidyl ether type epoxy resin of bisphenol A is used as general-purpose epoxy resin by optimum. In addition, Composition of the present invention that epoxy resin having sulfur atom is provided in bone is superior in adhesive property to wet face.

[0007]

If hardener for epoxy resin used for the present invention is the hardener which can stiffen epoxy resin, is not limited particularly, a thing used regularly as hardener of epoxy resin adhesive can be employed. When adhesive composition 2 of the present invention is done with aqua type for this hardener, various kinds of latency hardener, ultra-violet ray hardener are given when it is done with amine system hardener, acid or acid anhydride system hardener, basicity active hydrogen chemical agent, imidazoles, poly mercaptan system hardener, phenol resin, urea resin, melamine resin, isocyanate system hardener and one fluid pattern.

[0008]

As an operative example of amine system hardener, it is aliphatic polyamine such as diaminoethane, diethylenetriamine, triethylenetetramine; Alicycle group polyamine such as isophorone diamine, 1,3-machine screw aminomethyl cyclohexane; Aromatic poly amine such as diaminodiphenyl methane, *jiaminojifuenirusurufuon*; Aliphatic polyamine including aromatic ring of meta xylylene diamine; *to* is given. In addition, The ketimine which is reactant with amine adduct (polyamine epoxy resin adduct), polyamine - Oxirane adduct, aliphatic polyamine and ketone; The liquid polyamide that secondary amine or tertiary amine or polyamine such as dimer acid and diethylenetriamine, triethylenetetramine such as linear diamine, tetramethylguanidine, triethanolamine, piperidine, pyridine, benzil dimethylamine is reacted, and it is is given.

As acid or an operative example of acid anhydride system hardener, it is polycarboxylic acid such as adipic acid, azelaic acid, decane dicarboxylic acid; Aromatic acid anhydride such as phthalic anhydride, trimellitic anhydride, ethylene glycol bis (anhidorotorimeriteto), glycerol tris (andorotorimeriteto), bone-dry pyro mellitic acid, 3,3 ', 4,4' - benzophenone tetracarboxylic acid anhydride; Ringed aliphatic acid anhydride such as maleic anhydride, succinic anhydride, tetrahydro phthalic anhydride, carbinyl tetrahydro phthalic anhydride; Aliphatic acid anhydride such as poly adipic acid anhydride, poly azelaic acid anhydride, poly sebacic acid anhydride, dodecenyl succinic anhydride, poly (ethyl octadecane diacid) anhydride; Halogenation acid anhydride such as chlorendic anhydride, tetrabromo phthalic anhydride, bone-dry *hetto* acid is given.

Dicyandiamide, organic acid dihydrazide are nominated for an operative example of basicity active hydrogen compound. 2- methylimidazole, 2- ethyl -4- methylimidazole, 2- heptadecyl glyoxaline are nominated for an operative example of imidazoles. For an operative example of poly mercaptan system hardener, chemical agent including sulfhydryl group of polysulfide rubber having sulfhydryl group is given in pentaerythritol tetrathio glycolate, ester of thioglycollic acid of *jipentaerisuritoruhekisachiogurikoreto*, end. The blocked isocyanate chemical agent that toluene diisocyanate, hexamethylene diisocyanate, isocyanate chemical agent of xylene diisocyanate, isocyanate group are reacted phenol, ethyl alcohol, caprolactam for an operative example of isocyanate system hardener, and it is masked, and it is is given.

In addition, When adhesive composition 1 of the present invention is assumed composition of aqua type, latency hardener can be used as hardener, it is the ketimine which is reactant with aliphatic polyamine and ketone for latency hardener; The boron trifluoride - amine complex which is chemical agent with amine and boron trifluoride such as n- hexylamine, monoethamine, benzylamine, diethylamine, piperidine, triethylamine, aniline; Derivative of dicyandiamide such as dicyandiamide or o- tolyl biguanide, ,5- alpha -2 dimethyl biguanide, alpha, omega - diphenyl biguanide, 5- hydroxy naphthyl -1- biguanide; Acid hydrazide such as succinic acid hydrazide, adipic acid hydrazide, isophthalic acid hydrazide, p- oxybenzoic acid hydrazide, salicylic acid hydrazide, phenylamino propionic acid hydrazide; Diaminomaleonitrile or the derivative; Derivative of melamine of diallyl melamine; Amine imide synthesized by carboxylate and dimethylhydrazine and epoxy compounds; Diaminoethane, hexamethylene diamine, salt with aliphatic dicarboxylic acid such as diamine and sebachin acid of piperidine, 2,4,4- trimethyl -2, polyamine and N of 4,7- trihydroxy Fra bhang, salt with polyhydroxy phenol of 1,3- N '- dimethyl propane diamine, phenylphosphonic acid salt of polyamine, phenylphosphate salt of polyamine; Ester compound by addition reaction with ester compound with sulfonic acid and primary alcohol, monoester of phosphoric acid or diester or the mixture, sulfonic acid and epoxy compounds is given. In addition, Ultraviolet radiation hardener such as aromatic diazonium salt, aromatic sulfonium salt is given, too.

# [0012]

٠. .

As against epoxide resin medius epoxy function, the quantity that it is is desirable for rate of equivalent ratio 0.1-1.5, and 0.8-1.2 and quantity are more desirable for blending quantity of the hardener which is used to rigidify composition of the present invention. When hardener exceeds adhesive composition does not stiffen with under equivalent ratio 0.1 as against epoxy function and equivalent ratio 1.5, it is when provided hardening article is fragile.

For inorganic filler to use to the present invention, various things can be employed, by way of example only, it is fumed silica, baking silica, precipitated silica, comminution silica, fused silica; Iron oxide, zinc oxide, titanic oxide, barium oxide, magnesium oxide; Calcium carbonate, magnesium carbonate, zinc carbonate; Wax stone clay, kaolin clay, calcined clay; Carbon black is given, in these inorganic filler, the global thing i outside is used in homogeneity. It is preferable, Configuration combines a protean thing as one component at least. It is homogeneous, and globe-shaped filler is unfavorable in what cannot hold enough adhesion thickness under high face pressure. However, A globe-shaped thing may be used together with a thing of unsettled mold or an article of flat. These one kind of inorganic filler may use two kinds together alone. As for the inorganic filler to use to the present invention, average particle diameter 20-800 use a thing of mu m, if it is 50-500 mu m, it is preferable. When average particle diameter 20 is less than mu m, and provided adhesive composition is applied, and face pressure is hung, and glued connection is done, enough adhesion thickness cannot be held. 800 mu m, super, of adhesive composition, hardening thing becomes fragile. Average particle diameter calculates from pursued specific surface from air permeability method. 10-200 part by weight is preferable, and blending quantity of inorganic filler is 50-150 part by weight for 100 epoxy resin part by weight. It is less than ten part by weight, and enough adhesion thickness cannot be held, characteristic of machine of hardness of hardening article of 200 part by weight adhesive composition provided super disturbs expression of thixotropy given to adhesive composition in not excellence and aliphatic acid to be described below or fatty acid ester by surface finishing done calcium carbonate.

## [0014]

Calcium carbonate done buttering in aliphatic acid to use or fatty acid ester by the present invention is combined to give thixotropy to adhesive composition of the present invention. When the adhesion is worked on by means of epoxy resin adhesive, till, for this case, a lot of what perpendicular is applied to, and it is bonded to does glued connection after swabbing, it is necessary to make keep enough swabbing thickness. Therefore, According to the present invention, buttering combines done calcium carbonate in aliphatic acid or fatty acid ester, and thixotropy is given to adhesive composition. As aliphatic acid, it is normal chain saturated fatty acid such as lauric acid, myristic acid, palmitic acid, stearic acid, arachic acid, behenic acid, lignoceric acid, cerotic acid, montan acid, melissic acid; Unsaturated fatty acid such as Seto lane acid, sorbic acid; Aromatic carboxylic acid such as benzoic acid, phenylacetic acid is given. Above all, palmitic acid and stearic acid are desirable in point of thermostability and thixotropy of buttering. Ester of higher fatty acid more than carbon number 8 is desirable, and, for example, for fatty acid ester, stearic acid stearyl, stearic acid lauryl, palmitic acid stearyl, paruchimin acid lauryl, tristearin acid glyceride, tripalmitin acid glyceride are given. Above all, tripalmitin acid glyceride is desirable in point of thermostability and thixotropy of buttering. [0015]

By way of example only, as the method which buttering makes calcium carbonate in the aliphatic acid or fatty acid ester, aliphatic acid or fatty acid ester is doped in calcium carbonate, method making adsorb aliphatic acid, resin acid or fatty acid ester in the surface of calcium carbonate is given by what kneading, atomization or digestion does. Aliphatic acid or quantity of buttering of fatty acid

ester is 1.0-10 conventional % by weight as against calcium carbonate. Combination quantity of the calcium carbonate which can leave buttering in aliphatic acid or fatty acid ester is 10-200 part by weight as against 100 epoxide resin part by weight, but, preferably it is 50-150 part by weight. Because viscosity becomes too high it is less than ten part by weight, and appropriate thixotropy, activity characteristics are not provided and and specific gravity becomes super high 200 part by weight, it is unfavorable.

[0016]

Plasticizer, pigment, color, age resistor, oxidation inhibitor, fire retardant, adhesion grant agent, dispersing agent, solvent may be combined with adhesive composition of the present invention as well as the required component in the area which does not lose object of the invention more. [0017]

As the plasticizer which can be used to the present invention, it is dioctyl phthalate (DOP) Dibutyl phthalate (DBP) ?G Dioctyl adipate, succinic acid iso decyl; Diethylene glycol dibenzoate plasticizer, pentaerythritol ester; Butyl oleate, methyl acetyl ricinolate; Tricresyl phosphate, trioctyl phosphate; Adipic acid propylene glycol polyester, adipic acid butylene glycol polyester are used. These plasticizer mixes more than two kinds alone, and it may employ.

[0018]

In the color which can be used to the present invention, there are inorganic pigment and organic pigment, for inorganic pigment, titanium dioxide, zinc oxide, permanent blue, red ocher, lithopone, lead, cadmium, iron, cobalt, aluminium, hydrochloride, sulfate can be given. Azo pigment, copper phthalocyanine color are nominated for the organic pigment which can be used to the present invention.

[0019]

Compound of hindered phenol system is nominated for the age resistor which can be used to the present invention. As the oxidation inhibitor which can be used to the present invention, it is bytyl hydroxy toluene (BHT) Butylhydroxyanisol (BHA) to can be given. For the fire retardant which can be used to the present invention, chloroalkyl phosphate, dimethyl methyl phosphonate, bromine / phosphorus compound, ammonium polyphosphate, neopenchiruburomaidoporieteru, bromination polyether are given. For the adhesion grant agent which can be used to the present invention, terpene resin, phenol resin, terupenfuenoru resin, rosin resin, xylene resin are given. [0020]

Adhesive composition of the present invention assumes epoxy resin and other additive the main agent side, hardener and other additive can be done with adhesive composition of hardener side and two fluid pattern which did to a master. In addition, It can employ as adhesive composition of one aqua mold of moisture curing type by means of potential hardener. Production method of adhesive composition of the present invention is not limited in particular, but, preferably evacuation uses agitation apparatus of blending mixer below, and each component is kneaded enough, it is scattered in uniformity, and it had better be done with composition. If it is 2 liquid type, main agent and hardener are saved in another container, if it is mixed in application, and it employs, it is preferable. [0021]

A thixotropy grant agent is combined with epoxy resin adhesive to be able to get swabbing *atsu* when perpendicular is applied to like statement above. However, It is easy to drift, and high epoxy resin adhesive of thixotropy is hard to hold adhesion thickness under high pressure. On the other hand, When filler is combined with epoxy resin adhesive, intermolecular force bringing thixotropy is disturbed by epoxy resin, when thixotropy does with high epoxy resin adhesive in general to show a tendency, it is active, and what is combined do not do filler. With the present invention, Inorganic

filler having average particle diameter of the particular area positively is combined. Even if adhesive composition of the present invention hangs face pressure in adhesion face high without swabbing rear becoming dull to own thixotropy by taking the assembling, adhesive composition can be held between inorganic filler to be able to keep the void which is suitable for adhesion interface by protean inorganic filler combined with adhesive composition, adhesion thickness to be enough for adhesion face can be held. When, for example, application by means of precast concrete makes highway face and underground multi-purpose duct of overpass, lateral by means of precast concrete of cull baht box, at a minimum, thickness of 50 mu m is desirable for adhesion thickness to get enough adhesive strength, but, this adhesion thickness can be found enough by combining inorganic filler having average particle diameter of specify field in adhesive composition of the present invention. In addition, Adhesive composition of the present invention seals between precast concrete in is held enough by adhesion interface, and stiffening, still water between precast concrete, effect of water proof are high.

[0022]

# [EXAMPLE]

As follows, The present invention is explained by embodiment more concretely. (example 1 to 5, comparative example 1-4) compound was combined in blending shown in table 1, and adhesive composition was got. It measured, and, about provided adhesive composition, thixotropy, adhesive strength, adhesive thickness were evaluated.

[0023]

# [TABLE 1]

	7	Ę	施	例	比	<b>*</b>	ξ	例
	1	2	3	4 5	1	2	3	4
ポキシ樹脂	1 0 0	100	1 () 0	100 100	100	100	1 0 0	100
化剂	2.4	2 4	2 4	24 24	2 4	2 4	2 4	2 4
後 充 塡 剤 A.	70	7 0	5.0	70 70	7.0	70	70	İ
E機充填剂B	3 <b>0</b>	7 0	150			]		7 (
F 機 充 塡 剤 C			1	7 0			l i	ĺ
F機充塡剤D		į		7 0			}	ĺ
F 機 充 塡 剤 E					3.0			1
<b>機充填削</b> F	ĺ	}				150	į	1
转機 充填 剤 G							70	7 (
「レ最小厚さ (mm)	1. 0	0.8	0. 9	0.80.7	0.8	0. 9	0.8	0.
点曲げ試験			İ					
- 浜盛りぬ象 - 圧締力(500gf/cm*)[N/mm*]	7 9	8.5	8.8	7.8 7.9	7 ,	9 5	7 (1	7.
上籍力(200kgf/cm)[N/mm <sup>2</sup> ]		7. 9	8. 6	7. 4 6. 5	;	2 0	1.5	16.
**************************************		' '	1	0. 0	j 1. 3. ∔	1 0 1	ا د ۱۰	<u> </u>
装着剤厚み tμm	i	i	;	1	-	1 7		

表中、化合物の単位は重量部である。

### [0024]

Each component> epoxy resin in < list: Hardener made in YD-128, Tohto Kasei company: Inorganic filler A made by *epikyua* H 3, *yuka* SHELL: Inorganic filler B made in buttering sedimentary calcium

carbonate, cull F in 200 less than one average particle diameter mu m, Maruo Calcium company: Inorganic filler C made in heavy calcium carbonate, 250 average particle diameter mu mT ju charcoal, Maruo Calcium company: Inorganic filler D made in heavy calcium carbonate, 20 average particle diameter mu mR ju charcoal, Maruo Calcium company: Inorganic filler E made in heavy calcium carbonate, 70 average particle diameter mu mKCN100, Maruo Calcium company: Glass bead, 150 grain diameter mu m inorganic filler F: Inorganic filler G made in heavy calcium carbonate, 6.3 average particle diameter mu m super S, Maruo Calcium company: It is made in heavy calcium carbonate, 2.2 average particle diameter mu m super 1500, Maruo Calcium company [0025]

Adhesive composition provided in embodiment, a comparative example in the *<dare* minimum thickness (thixotropy)> whole top of smooth plastic sheet and plate (acryl board) of 150\*150mm that applied remover beforehand is applied to thickness Imm so that it is, swabbing face is done to a plumb promptly, till adhesive stiffens in ordinary state, settling is done. After hardening, adhesive caliper measures thickness of the smallest division in micrometer prescribed in JISB7502. Cement mortar of <4 points bend test (adhesive strength) >40\*40\*80mm size (water cement ratio:) 65%, sand cement quantitative ratio: 2, sand: An I S O sand blending) piece is used. Longitudinal end surfaces of cement mortar single two slices are done with adhesion side, adhesive composition provided in embodiment, a comparative example is used, and it is bonded, compression jig is used in 500gf/cm <sup>2</sup>, 200kgf/cm <sup>2</sup> no oshitei force, and it oshiteisuru for moment. The adhesive which appeared is raked with a spatula, and *hami* is taken, it is taken good care of in 20 degrees Celsius \*55% RH for one week. As specimen, method as claimed in JISA6024 is based on, and a *sai* load does provided cement mortar single inosculation article at the rate of 2mm/min, and four points of bending test is done, maximum load is demanded, adhesive strength is calculated. Adhesive strength calculates by the next equation. F =120 P/bh <sup>2</sup> F: Adhesive strength

 $[N/mm^2]$ 

. . .

P: Maximum load

[N]

b: Amplitude of specimen (=40)

[mm]

) h: Elevation of specimen (=40)

[mm]

) oshitei power, 200kgf/cm<sup>2</sup> no case, adhesive strength 6

 $[N/mm^2]$ 

It is preferable as things mentioned above. Adhesion section of the specimen which broke four points of specimen which it is pushed with <adhesive caliper >200kg f/cm <sup>2</sup> no oshitei power, and was provided after examination in bending test is cut, it is observed in microscope, and it measures. If adhesive caliper 50 is more than mu m with 200kgf/cm <sup>2</sup> no oshitei power, it is preferable. [0026]

# [EFFECT OF THE INVENTION]

Even if adhesive composition of the present invention submits high face pressure in spite of being durability in thixotropy, adhesion can hold the adhesion thickness that is requirement without escaping from adhesion face. As a result, When face pressure can be raked, and glued connection is ground, adhesive property ability can be held. Therefore, By way of example only, a method of

construction adhesive composition of the present invention hangs high face pressure, and to adhesively bond, glued connection does precast concrete of cull baht box, it can be used in optimum in methods of construction to oshiteisuru in PC steel bar or piano wire.